

明 細 書

超電導線材の製造方法

技術分野

- [0001] 本発明は、超電導線材の製造方法に関し、より特定のには、高性能で均一な性能の超電導線材を得ることができる超電導線材の製造方法に関する。

背景技術

- [0002] 従来、たとえばBi2223相などを有する酸化物超電導体を金属被覆した多芯線からなる超電導線材は、液体窒素温度での使用が可能であり、比較的高い臨界電流密度が得られること、長尺化が比較的容易であることから、超電導ケーブルやマグネットへの応用が期待されている。

- [0003] このような超電導線材は、以下のようにして製造されていた。まず、たとえばBi2223相などを含む超電導体の原料粉末を金属で被覆した形態を有する線材が作製される。次に、熱処理と圧延とを繰り返すことにより、超電導相が線材の超電導フィラメント部分に配向して生成し、テープ状の超電導線材が得られる。このような超電導線材の製造方法は、たとえば特許2636049号公報(特開平3-138820号公報)(特許文献1)、特許2855869号公報(特開平4-292812号公報)(特許文献2)に開示されている。

特許文献1: 特許2636049号公報(特開平3-138820号公報)

特許文献2: 特許2855869号公報(特開平4-292812号公報)

発明の開示

発明が解決しようとする課題

- [0004] 従来より、超電導線材の性能(たとえば臨界電流値など)を向上するために、各製造工程において最適な製造条件が模索されてきた。しかしながら、最適化された同一の製造条件で超電導線材を製造した場合でも、得られる超電導線材の各々の性能にばらつきが生じるという問題があった。また、得られる超電導線材の中には性能の劣るものも存在しており、高性能な超電導線材を得ることができないという問題があった。

[0005] したがって、本発明の目的は、高性能で均一な性能の超電導線材を得ることができる超電導線材の製造方法を提供することである。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明の一の局面における超電導線材の製造方法は、超電導体の原料粉末を金属で被覆した形態の線材を伸線する伸線工程と、伸線工程後に線材を圧延する圧延工程と、圧延工程後に線材を焼結する焼結工程とを備えている。さらに、伸線工程と圧延工程との間、および圧延工程と焼結工程との間のうち少なくともいずれか1つの間において、線材を減圧雰囲気下で保持する保持工程を備えている。

[0007] 本発明者らは鋭意検討した結果、得られる超電導線材の各々の性能にばらつきが生じるのは、以下の原因によるものであることを見出した。伸線工程、圧延工程、および焼結工程の各工程の間において、線材の両端部あるいは超電導体を被覆する金属を介して、大気中の CO_2 (二酸化炭素)、 H_2O (水)、および O_2 (酸素)などが線材内部に侵入する。これにより、焼結時に超電導相以外の異相が生成したり、線材の厚みが不均一になったりする。焼結時に異相が生成すると、超電導相の生成が妨げられ、臨界電流値などの超電導特性の低下を招く。また、線材の厚みが不均一になると、その後圧延を行なう場合に線材に均一に圧力が加わらなくなり、得られる超電導線材の厚みが不均一になる。その結果、超電導線材の性能が低下する。従来、伸線工程と圧延工程との間、または圧延工程と焼結工程との間において線材の保持状態は特に規定されていなかったため、保持状態の差によって得られる超電導線材の各々の性能にばらつきが生じていた。

[0008] そこで、伸線工程、圧延工程、および焼結工程の各工程の間のうち少なくともいずれか1つの間において線材を減圧雰囲気下で保持することで、大気中の CO_2 、 H_2O 、および O_2 が原料粉末内部に侵入することを抑止できる。また、線材を減圧雰囲気下で保持することで、線材内部に含まれていた CO_2 、 H_2O 、および O_2 などの残留物が線材の両端部あるいは超電導体を被覆する金属を介して外部へ放出される。その結果、焼結時に異相が生成しにくくなり、線材の厚みが均一になるので、高性能で均一な性能の超電導線材を得ることができる。

[0009] 本発明の他の局面における超電導線材の製造方法は、超電導体の原料粉末を金

属で被覆した形態の線材を伸線する伸線工程と、線材を圧延する n (n は2以上の整数)回の圧延工程と、線材を焼結する n 回の焼結工程とを備えている。 n 回の圧延工程のうち1次圧延工程は伸線工程後に行なわれる。 n 回の焼結工程のうち1次焼結工程は1次圧延工程後に行なわれる。 n 回の圧延工程のうち k (k は $n \geq k \geq 2$ を満たす整数)次圧延工程は、 n 回の焼結工程のうち $(k-1)$ 次焼結工程後に行なわれる。 n 回の圧延工程のうち k 次焼結工程は、 n 回の圧延工程のうち k 次圧延工程後に行なわれる。伸線工程と1次圧延工程との間、1次圧延工程と1次焼結工程との間、 $(k-1)$ 次焼結工程と k 次圧延工程との間、および k 次圧延工程と k 次焼結工程との間のうち少なくともいずれか1つの間において、線材を減圧雰囲気下で保持する保持工程をさらに備えている。

[0010] 本発明者らは鋭意検討した結果、得られる超電導線材の各々の性能にばらつきが生じるのは、以下の原因によるものであることを見出した。超電導線材の製造において、 n 回の圧延工程と n 回の焼結工程とが行なわれる場合に、伸線工程と1次圧延工程との間、1次圧延工程と1次焼結工程との間、 $(k-1)$ 次焼結工程と k 次圧延工程との間、および k 次圧延工程と k 次焼結工程との間において、線材の両端部あるいは超電導体を被覆する金属を介して、大気中の CO_2 (二酸化炭素)、 H_2O (水)、および O_2 (酸素)などが原料粉末内部に侵入する。その結果、上述の理由により、超電導線材の性能が低下する。従来、 n 回の圧延工程と n 回の焼結工程とが行なわれる場合に、伸線工程と1次圧延工程との間、1次圧延工程と1次焼結工程との間、 $(k-1)$ 次焼結工程と k 次圧延工程との間、および k 次圧延工程と k 次焼結工程との間において、線材の保持状態は特に規定されていなかったため、保持状態の差によって得られる超電導線材の各々の性能にばらつきが生じていた。

[0011] そこで、伸線工程と1次圧延工程との間、1次圧延工程と1次焼結工程との間、 $(k-1)$ 次焼結工程と k 次圧延工程との間、および k 次圧延工程と k 次焼結工程との間のうち少なくともいずれか1つの間において線材を減圧雰囲気下で保持することで、大気中の CO_2 、 H_2O 、および O_2 が原料粉末内部に侵入することを抑止できる。また、線材を減圧雰囲気下で保持することで、線材内部に含まれていた CO_2 、 H_2O 、および O_2 などの残留物が線材の両端部あるいは超電導体を被覆する金属を介して外部へ放

出される。その結果、焼結時に異相が生成しにくくなり、線材の厚みが均一になるので、高性能で均一な性能の超電導線材を得ることができる。

[0012] 本発明の他の局面における超電導線材の製造方法において好ましくは、1次圧延工程と1次焼結工程との間において保持工程が行なわれる。

[0013] 1次圧延工程と1次焼結工程との間において、大気中の CO_2 、 H_2O 、および O_2 が原料粉末内部に特に侵入しやすいことを本発明者らは見出した。したがって、一層高性能で均一な性能の超電導線材を得ることができる。

[0014] 本発明の超電導線材の製造方法において好ましくは、減圧雰囲気圧力の0.01 MPa以下である。これにより、大気中の CO_2 、 H_2O 、および O_2 が超電導体内部に侵入することを一層抑止できる。

[0015] 本発明の超電導線材の製造方法において好ましくは、保持工程は72時間以上行なわれる。これにより、線材内部に含まれていた残留物を十分に外部へ放出することができる。

[0016] 本発明の超電導線材の製造方法において好ましくは、保持工程において、線材は80℃以上の温度に保持される。これにより、線材内部に含まれていた残留物が蒸発しやすくなるので、高性能で均一な性能の超電導線材を得ることができる。

[0017] 本発明の超電導線材の製造方法において好ましくは、保持工程は窒素ガス雰囲気、アルゴンガス雰囲気、あるいは乾燥空気雰囲気のうちいずれかの雰囲気で行なわれる。

[0018] これにより、 CO_2 、 H_2O 、および O_2 などの不純物が保持工程中に原料粉末内部に侵入することを抑止できる。

[0019] なお、本発明における圧延および焼結は、それぞれ1回ずつのみ行なわれる場合もあるが、それぞれ複数回(n回)行なわれる場合もある。また、本明細書中において、「1次圧延」とは線材に対して最初に行なう圧延工程を意味しており、「1次焼結」とは線材に対して最初に行なう焼結工程を意味している。また、線材に対して伸線を複数回行なう場合には、「伸線工程」とは線材に対して行なう最初の伸線を意味している。さらに、「乾燥空気」とは大気圧中での露点がマイナス20℃以下である空気を意味している。

発明の効果

- [0020] 本発明の超電導線材の製造方法によれば、伸線工程、1次圧延工程、および1次焼結工程の各工程の間において、大気中の CO_2 、 H_2O 、および O_2 が線材内部に侵入することを抑止できる。また、線材を減圧雰囲気下で保持することで、線材内部に含まれていた CO_2 、 H_2O 、および O_2 などの残留物が線材の両端部あるいは超電導体を被覆する金属を介して外部へ放出される。その結果、焼結時に異相が生成しにくくなり、線材の厚みが均一になるので、高性能で均一な性能の超電導線材を得ることができる。

図面の簡単な説明

- [0021] [図1]超電導線材の構成を概念的に示す部分断面斜視図である。
[図2]本発明の一実施の形態における超電導線材の製造方法を示すフロー図である。
[図3]図2の工程を示す第1図である。
[図4]図2の工程を示す第2図である。
[図5]図2の工程を示す第3図である。
[図6]図2の工程を示す第4図である。
[図7]図2の工程を示す第5図である。
[図8]図2の工程を示す第6図である。

符号の説明

- [0022] 1 超電導線材(多芯線)、1a 線材、1b クラッド線、1c 多芯線、2 超電導体フィラメント、2a 原料粉末、3 シース部、3a, 3b パイプ、20 筐体、21 排気管、22 保持台、23 ヒータ。

発明を実施するための最良の形態

- [0023] 以下、本発明の一実施の形態について図に基づいて説明する。
[0024] 図1は、超電導線材の構成を概念的に示す部分断面斜視図である。図1を参照して、たとえば、多芯線の超電導線材について説明する。超電導線材1は、長手方向に延びる複数本の超電導体フィラメント2と、それらを被覆するシース部3とを有してい

る。複数本の超電導体フィラメント2の各々の材質は、例えばBi-Pb-Sr-Ca-Cu-O系の組成よりなっており、特に、(ビスマスと鉛):ストロンチウム:カルシウム:銅の原子比がほぼ2:2:2:3の比率で近似して表されるBi2223相を含む材質が最適である。シース部3の材質は、例えば銀よりなっている。

[0025] なお、上記においては多芯線について説明したが、1本の超電導体フィラメント2がシース部3により被覆される単芯線構造の酸化物超電導線材が用いられてもよい。

[0026] 次に、上記の酸化物超電導線材の製造方法について説明する。

[0027] 図2は、本発明の一実施の形態における超電導線材の製造方法を示すフロー図である。また、図3～図8は、図2の各工程を示す図である。

[0028] 図2を参照して、たとえばBi2223相の超電導線材を製造する場合、パウダー・イン・チューブ法が用いられる。まず、たとえば5種類の原料粉末(Bi_2O_3 、 PbO 、 SrCO_3 、 CaCO_3 、 CuO)が混合され、熱処理による反応で最終目的の超電導体であるBi2223相に変化する中間状態の原料粉末(前駆体粉末)が作製される(ステップS1)。

[0029] 次に、図2および図3に示すように、この原料粉末2aがパイプ3a内に充填される(ステップS2)。このパイプ3aは、たとえば銀などの金属よりなり、外径が $\phi 20\sim 40\text{mm}$ で、肉圧が外径の3～15%程度のものである。これにより、超電導体の原料粉末2aをパイプ3aで被覆した形態の線材1aが得られる。この後、パイプ3a内の脱気が行なわれ、パイプ3aの両端が密封される。

[0030] 次に、図2および図4に示すように、上記線材1aを伸線加工することにより、前駆体を芯材として銀などの金属で被覆されたクラッド線1bが形成される(ステップS3)。このクラッド線1bは、対辺長さがたとえば2～10mmの六角形状とされる。

[0031] 次に、図2および図5に示すように、筐体20内の保持台22上に、クラッド線1bがたとえば72時間以上保持される(ステップS4)。筐体20は排気管21を有しており、排気管21はたとえば図示しない真空ポンプに接続されている。筐体20内の空気は排気管21を通じて真空ポンプで排気され、これにより、筐体20内はたとえば0.01MPa以下の減圧雰囲気となっている。また、筐体20内は、たとえば窒素ガス雰囲気や、アルゴンガス雰囲気、または乾燥空気雰囲気にされている。さらに、保持台22の内側にはヒータ23が設置されており、ヒータ23によって保持台22上に保持されたクラッド線1bが加熱される。

ド線1bがたとえば80℃以上に加熱される。クラッド線1bが減圧雰囲気下で保持されることにより、大気中の CO_2 , H_2O , および O_2 などが原料粉末2a内部に侵入するのを抑制することができる。また、クラッド線1b内の CO_2 , H_2O , および O_2 などを外部へ除去することができる。

[0032] 次に、図2および図6に示すように、このクラッド線1bが多数束ねられて、たとえば銀などの金属よりなるパイプ3b内に嵌合される(多芯嵌合:ステップS5)。このパイプ3bは、たとえば銀またはその合金などの金属よりなり、外径が $\phi 10\sim 50\text{mm}$ で、肉圧が外径の1~15%程度のものである。これにより、原料粉末2aを芯材として多数有する多芯構造の線材が得られる。

[0033] 次に、図2および図7に示すように、多数の原料粉末2aがシース部3により被覆された多芯構造の線材を伸線加工することによって、原料粉末2aがたとえば銀などのシース部3に埋め込まれた多芯線1cが形成される(ステップS6)。

[0034] 次に、図2および図5に示すように、減圧雰囲気下の筐体20内の保持台22上に、多芯線1cがたとえば72時間以上保持される(ステップS7)。筐体20内は、たとえば窒素ガス雰囲気や、アルゴンガス雰囲気、または乾燥空気雰囲気にされている。多芯線1cが減圧雰囲気下で保持されることにより、大気中の CO_2 , H_2O , および O_2 などが原料粉末2a内部に侵入するのを抑制することができる。また、多芯線1c内の CO_2 , H_2O , および O_2 などを外部へ除去することができる。

[0035] 次に、図2および図8に示すように、多芯線1cに1次圧延加工が施され、それによりテープ状の多芯線1が得られる(ステップS8)。この1次圧延加工は、たとえば圧下率70~90%の条件で行なわれる。

[0036] 次に、図2および図5に示すように、減圧雰囲気下の筐体20内の保持台22上に、多芯線1がたとえば72時間以上保持される(ステップS9)。筐体20内は、たとえば窒素ガス雰囲気や、アルゴンガス雰囲気、または乾燥空気雰囲気にされている。多芯線1が減圧雰囲気下で保持されることにより、大気中の CO_2 , H_2O , および O_2 などが原料粉末2a内部に侵入するのを抑制することができる。また、多芯線1内の CO_2 , H_2O , および O_2 などを外部へ除去することができる。

[0037] 次に、テープ状の多芯線1をたとえば830~850℃の温度まで加熱して、その温度

で50〜150時間保持することにより、多芯線1に1次焼結が施される(ステップS10)。これにより、原料粉末2aが化学反応を起こし、超電導体フィラメント2となる。

[0038] 次に、図2および図5に示すように、減圧雰囲気下の筐体20内の保持台22上に、多芯線1がたとえば72時間以上保持される(ステップS11)。筐体20内は、たとえば窒素ガス雰囲気や、アルゴンガス雰囲気、または乾燥空気雰囲気にされている。多芯線1が減圧雰囲気下で保持されることにより、大気中の CO_2 、 H_2O 、および O_2 などが超電導体フィラメント2内部に侵入するのを抑制することができる。また、多芯線1内の CO_2 、 H_2O 、および O_2 などを外部へ除去することができる。

[0039] 次に、図2および図8に示すように多芯線1に2次圧延加工が施される(ステップS12)。この2次圧延加工は、たとえば圧下率0〜20%の条件で行なわれる。

[0040] 次に、図2および図5に示すように、減圧雰囲気下の筐体20内の保持台22上に、多芯線1がたとえば72時間以上保持される(ステップS13)。筐体20内は、たとえば窒素ガス雰囲気や、アルゴンガス雰囲気、または乾燥空気雰囲気にされている。多芯線1が減圧雰囲気下で保持されることにより、大気中の CO_2 、 H_2O 、および O_2 などが超電導体フィラメント2内部に侵入するのを抑制することができる。また、多芯線1内の CO_2 、 H_2O 、および O_2 などを外部へ除去することができる。

[0041] 次に、多芯線1を加圧雰囲気下で800〜850℃の温度まで加熱して、その温度で10〜150時間保持することにより、多芯線1に2次焼結が施される(ステップS14)。なお、2次焼結を加圧雰囲気下で行なう代わりに大気圧中に行なってもよい。これにより、本実施の形態の超電導線材が得られるが、2次焼結後に圧延および焼結がさらに行なわれてもよいし、上記の2次圧延および2次焼結が省略されてもよい。

[0042] 本実施の形態の超電導線材の製造方法は、超電導体の原料粉末2aを金属で被覆した形態の線材1aを伸線する伸線工程(ステップS3)と、伸線工程(ステップS3)後に多芯線1cを圧延する1次圧延工程(ステップS8)と、1次圧延工程(ステップS8)後に多芯線1を焼結する1次焼結工程(ステップS10)とを備えている。さらに、伸線工程(ステップS3)と1次圧延工程(ステップS8)との間、または1次圧延工程(ステップS8)と1次焼結工程(ステップS10)との間のうち少なくともいずれか1つの間において、クラッド線1b、多芯線1c、または多芯線1を減圧雰囲気下で保持する保持工程(

ステップS4、ステップS7、ステップS9)を備えている。

[0043] 本実施の形態の超電導線材の製造方法は、超電導体の原料粉末2aを金属で被覆した形態の線材1aを伸線する伸線工程(ステップS3)と、伸線工程(ステップS3)後に多芯線1cを圧延する1次圧延工程(ステップS8)と、1次圧延工程(ステップS8)後に多芯線1を焼結する1次焼結工程(ステップS10)と1次焼結工程(ステップS10)後に多芯線1を再び圧延する2次圧延工程(ステップS12)と、2次圧延工程(ステップS12)後に多芯線1を再び焼結する2次焼結工程(ステップS14)とを備えている。さらに、伸線工程(ステップS3)と1次圧延工程(ステップS8)との間、1次圧延工程(ステップS8)と1次焼結工程(ステップS10)、1次焼結工程(ステップS10)と2次圧延工程(ステップS12)との間、および2次圧延工程(ステップS12)と2次焼結工程(ステップS14)との間のうち少なくともいずれか1つの間において、クラッド線1b、多芯線1c、または多芯線1を減圧雰囲気下で保持する保持工程(ステップS4、ステップS7、ステップS9、ステップS11、ステップS13)を備えている。

[0044] 本実施の形態の製造方法によれば、大気中の CO_2 、 H_2O 、および O_2 が原料粉末2a内部に侵入することを抑止できる。また、クラッド線1b、多芯線1c、または多芯線1を減圧雰囲気下で保持することで、クラッド線1b、多芯線1c、または多芯線1内部に含まれていた CO_2 、 H_2O 、および O_2 などの残留物がクラッド線1b、多芯線1c、または多芯線1の両端部あるいは超電導体を被覆するシース部3を介して外部へ放出される。その結果、焼結時に異相が生成しにくくなり、線材の厚みが均一になるので、高性能で均一な性能の超電導線材を得ることができる。

[0045] 本実施の形態の超電導線材の製造方法は、1次圧延工程(ステップS8)と1次焼結工程(ステップS10)との間において保持工程(ステップS9)が行なわれる。これにより、一層高性能で均一な性能の超電導線材を得ることができる。

[0046] 本実施の形態の超電導線材の製造方法においては、減圧雰囲気の圧力は0.01 MPa以下である。これにより、大気中の CO_2 、 H_2O 、および O_2 が超電導体フィラメント2内部に侵入することを一層抑止できる。

[0047] 本実施の形態の超電導線材の製造方法においては、保持工程(ステップS4、ステップS7、ステップS9、ステップS11、ステップS13)は72時間以上行なわれる。これ

により、クラッド線1b、多芯線1c、または多芯線1の内部に含まれていた残留物を十分に外部へ放出することができる。

[0048] 本実施の形態の超電導線材の製造方法においては、保持工程(ステップS4、ステップS7、ステップS9、ステップS11、ステップS13)において、多芯線1は80℃以上の温度に保持される。これにより、クラッド線1b、多芯線1c、または多芯線1の内部に含まれていた残留物が蒸発しやすくなるので、高性能で均一な性能の超電導線材を得ることができる。

[0049] 本実施の形態の超電導線材の製造方法においては、保持工程(ステップS4、ステップS7、ステップS9、ステップS11、ステップS13)は窒素ガス雰囲気、アルゴンガス雰囲気、あるいは乾燥空気雰囲気のうちいずれかの雰囲気で行なわれる。

[0050] これにより、 CO_2 、 H_2O 、および O_2 などの不純物が保持工程中に原料粉末内部に侵入することを抑止できる。

[0051] なお、本実施の形態においては、各工程間において真空保持(ステップS4、7、9、11、13)が行なわれる場合について示したが、本発明はこのような場合に限定されるものではなく、5つの真空保持(ステップS4、ステップS7、ステップS9、ステップS11、ステップS13)のうちいずれか1つが行なわれればよい。

[0052] また、本実施の形態においては、1次焼結(ステップS10)の後に真空保持(ステップS11)、2次圧延(ステップS12)、真空保持(ステップS13)、および2次焼結(ステップS14)が行なわれる場合について示したが、これらの工程は省略されても良く、1次焼結(ステップS10)後に超電導線材が完成されてもよい。

[0053] また、本実施の形態においては、Bi2223相を有する多芯線のビスマス系の酸化物超電導線材の製造方法について説明を行なっているが、本発明はビスマス系以外のイットリウム系などの他の組成を有する酸化物超電導線材の製造方法についても適応できる。また、単芯線の超電導線材の製造方法にも適用できる。

[0054] <<実施例>>

以下、本発明の実施例について説明する。

[0055] (実施例1)

本実施例では、1次圧延(ステップS8)後の真空保持(ステップS9)の効果を調べた

。具体的には、Bi2223相の原料粉末2aを作製し(ステップS1)、原料粉末2aをパイプ3a内に充填し(ステップS2)、線材1aを作製した。次に、線材1aを伸線加工してクラッド線1bを作製し(ステップS3)、真空保持せずにクラッド線1bを多数束ねてパイプ3b内に嵌合し(ステップS5)多芯線1cを作製した。次に、多芯線1cを伸線加工し(ステップS6)、真空保持せずに多芯線1cに1次圧延加工を施し(ステップS8)、テープ状の多芯線1を得た。次に、試料2〜4については、多芯線1を保持する雰囲気の状態の多芯線1を得た。次に、試料2〜4については、多芯線1を保持する雰囲気の圧力をそれぞれ大気圧、0.01MPa、0.001MPaと変化させ、室温で1ヶ月の間、多芯線1cを保持した(ステップS9)。なお、試料1については、大気圧中および室温で1日間の保持を行なった。次に、多芯線1に1次焼結を施し(ステップS10)、真空保持せずに2次圧延加工を施した(ステップS12)。次に、真空保持せずに多芯線1に2次焼結を施し(ステップS14)、400mの長さの2本の超電導線材1を得た。得られた2本の超電導線材1をそれぞれロットA、ロットBとした。次に、ロットAおよびロットBの各々を5分割し、それぞれの超電導線材1についての臨界電流値(A)と、厚さ(mm)とを測定した。この結果を表1に示す。なお、表1において、試料1は、大気圧中で1日間保持した超電導線材であり、試料2は大気圧中で1ヶ月間保持した超電導線材である。試料3は0.01MPaの減圧雰囲気下で1ヶ月間保持した超電導線材であり、試料4は0.001MPaの減圧雰囲気下で1ヶ月間保持した超電導線材である。

[0056] [表1]

試料No.		臨界電流値 (A)	超電導線材の厚さ (mm)
1	ロット A	80~90	0.25±0.01
	ロット B	80~90	0.25±0.01
2	ロット A	60~70	0.27±0.02
	ロット B	60~70	0.27±0.03
3	ロット A	80~90	0.24±0.01
	ロット B	80~90	0.24±0.01
4	ロット A	80~90	0.24±0.01
	ロット B	80~90	0.24±0.01

[0057] 表1に示すように、試料1については、ロットA、ロットBのいずれの臨界電流値も80〜90Aであり、ロットA、ロットBのいずれの厚さも0.25mm±0.01mmであった。ま

た、試料2については、ロットA、ロットBのいずれの臨界電流値も60〜70Aであり、試料2のロットAの厚さは0.27mm±0.02mmであり、試料2のロットBの厚さは0.27mm±0.03mmであった。一方、試料3については、ロットA、ロットBのいずれの臨界電流値も80〜90Aであり、ロットA、ロットBのいずれの厚さも0.24mm±0.01mmであった。また、試料4については、ロットA、ロットBのいずれの臨界電流値も80〜90Aであり、ロットA、ロットBのいずれの厚さも0.24mm±0.01mmであった。

[0058] 以上の結果から、試料1〜4のいずれの場合でも、各ロット間での臨界電流値のばらつきが約10A程度になっていることが分かる。このことから、1次圧延と1次焼結との間の保持条件を同じにすることで、得られる超電導線材の各々の性能にばらつきが生じにくくなることが分かる。また、試料2の臨界電流値に比べて試料3および4の臨界電流値が高いため、1次圧延と1次焼結との間で線材を減圧雰囲気下で保持することで、高性能な超電導線材を得ることができることが分かる。さらに、試料1および2の厚さに比べて試料3および4の厚さが小さく、厚さのばらつきも小さいので、1次圧延と1次焼結との間で線材を減圧雰囲気下で保持することで、大気中のCO₂, H₂O, およびO₂などが線材内部に侵入しにくくなり、線材中に含まれる残留物が除去されることが分かる。

[0059] (実施例2)

本実施例では、1次圧延(ステップS8)後の真空保持(ステップS9)における保持時間が線材に与える効果について調べた。具体的には、実施例1とほぼ同様の方法によって超電導線材1を得た。試料5については、多芯線1cに1次圧延加工を施した(ステップS8)後、大気圧中および室温で1日間、多芯線1cを保持した(ステップS9)。また、試料6〜9については、多芯線1cに1次圧延加工を施した(ステップS8)後、0.01MPaの雰囲気下および室温でそれぞれ1日、3日、10日、および1ヶ月の間、多芯線1cを保持した(ステップS9)。得られたそれぞれの超電導線材1の厚さ(mm)を測定した。この結果を表2に示す。なお、表2において、試料6は0.01MPaの雰囲気下で1日間保持した超電導線材であり、試料7は0.01MPaの雰囲気下で3日間保持した超電導線材であり、試料8は0.01MPaの雰囲気下で10日間保持した超電導線材であり、試料9は0.01MPaの雰囲気下で1ヶ月間保持した超電導線材であ

る。

[0060] [表2]

試料No.		超電導線材の厚さ (mm)
5	ロット A	0.25 ± 0.01
	ロット B	0.25 ± 0.01
6	ロット A	0.25 ± 0.01
	ロット B	0.25 ± 0.01
7	ロット A	0.24 ± 0.01
	ロット B	0.24 ± 0.01
8	ロット A	0.24 ± 0.01
	ロット B	0.24 ± 0.01
9	ロット A	0.24 ± 0.01
	ロット B	0.24 ± 0.01

[0061] 表2に示すように、試料5については、ロットA、ロットBのいずれの厚さも $0.25\text{mm} \pm 0.01\text{mm}$ であった。試料6については、ロットA、ロットBのいずれの厚さも $0.25\text{mm} \pm 0.01\text{mm}$ であった。試料7については、ロットA、ロットBのいずれの厚さも $0.24\text{mm} \pm 0.01\text{mm}$ であった。試料8については、ロットA、ロットBのいずれの厚さも $0.24\text{mm} \pm 0.01\text{mm}$ であった。試料9については、ロットA、ロットBのいずれの厚さも $0.24\text{mm} \pm 0.01\text{mm}$ であった。

[0062] 以上の結果から、試料5および6の厚さに比べて試料7～9の厚さが小さいので、1次圧延と1次焼結との間で線材を減圧雰囲気下で3日(72時間)以上保持することで、線材内部に含まれていた残留物を十分に外部へ放出できることが分かる。

[0063] (実施例3)

本実施例では、1次圧延(ステップS8)後の真空保持(ステップS9)における保持温度が線材に与える効果について調べた。具体的には、実施例1とほぼ同様の方法によって超電導線材1を得た。試料10～13について、多芯線1cに1次圧延加工を施した(ステップS8)後、 0.01MPa の雰囲気下でそれぞれ室温、 50°C 、 80°C 、および 300°C で、7日間多芯線1cを保持した(ステップS9)。得られたそれぞれの臨界電流値(A)を測定した。この結果を表3に示す。なお、表3において、試料10は室温で保

持した超電導線材であり、試料11は30℃で保持した超電導線材であり、試料12は80℃で保持した超電導線材であり、試料13は300℃で保持した超電導線材である。

[0064] [表3]

試料No.		臨界電流値 (A)
10	ロット A	80～90
	ロット B	80～90
11	ロット A	80～90
	ロット B	80～90
12	ロット A	85～90
	ロット B	85～90
13	ロット A	85～90
	ロット B	85～90

[0065] 表3に示すように、試料10については、ロットA、ロットBのいずれの臨界電流値も80～90Aであった。試料11については、ロットA、ロットBのいずれの臨界電流値も80～90Aであった。試料12については、ロットA、ロットBのいずれの臨界電流値も85～90Aであった。試料13については、ロットA、ロットBのいずれの臨界電流値も85～90Aであった。

[0066] 以上の結果から、試料10および11の臨界電流値に比べて試料12および13の臨界電流値が大きく、ばらつきも小さいので、1次圧延と1次焼結との間で線材を減圧雰囲気下において80℃以上で保持することで、高性能で均一な性能の超電導線材となることが分かる。

[0067] 今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて請求の範囲によって示され、請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

請求の範囲

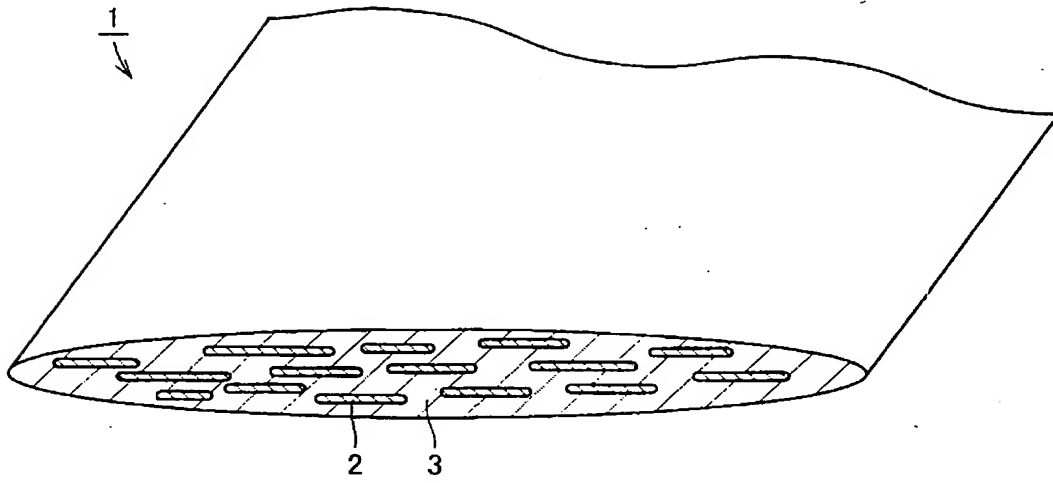
- [1] 超電導体の原料粉末(2a)を金属(3a)で被覆した形態の線材(1a)を伸線する伸線工程(S3)と、
前記伸線工程(S3)後に前記線材(1a)を圧延する圧延工程(S8)と、
前記圧延工程(S8)後に前記線材(1a)を焼結する焼結工程(S10)とを備え、
前記伸線工程(S3)と前記圧延工程(S8)との間、および前記圧延工程(S8)と前記焼結工程(S10)との間のうち少なくともいずれかの1つの間において、前記線材(1a)を減圧雰囲気下で保持する保持工程(S4, S7, S9)をさらに備える、超電導線材(1)の製造方法。
- [2] 前記減圧雰囲気の圧力は0.01MPa以下である、請求の範囲第1項に記載の超電導線材(1)の製造方法。
- [3] 前記保持工程(S4, S7, S9)は72時間以上行なわれる、請求の範囲第1項に記載の超電導線材(1)の製造方法。
- [4] 前記保持工程(S4, S7, S9)において、前記線材(1a)は80℃以上の温度に保持される、請求の範囲第1項に記載の超電導線材(1)の製造方法。
- [5] 前記保持工程(S4, S7, S9)は窒素ガス雰囲気、アルゴンガス雰囲気、あるいは乾燥空気雰囲気のうちいずれかの雰囲気で行なわれる、請求の範囲第1項に記載の超電導線材(1)の製造方法。
- [6] 超電導体の原料粉末(2a)を金属(3a)で被覆した形態の線材(1a)を伸線する伸線工程(S3)と、
前記線材(1a)を圧延する n (n は2以上の整数)回の圧延工程(S8, S12)と、
前記線材(1a)を焼結する n 回の焼結工程(S10, S14)とを備え、
前記 n 回の圧延工程(S8, S12)のうち1次圧延工程(S8)は前記伸線工程(S3)後に行なわれ、
前記 n 回の焼結工程(S10, S14)のうち1次焼結工程(S10)は前記1次圧延工程(S8)後に行なわれ、
前記 n 回の圧延工程(S8, S12)のうち k (k は $n \geq k \geq 2$ を満たす整数)次圧延工程は、前記 n 回の焼結工程のうち($k-1$)次焼結工程後に行なわれ、

前記n回の焼結工程(S10, S14)のうちk次焼結工程は、前記n回の圧延工程のうちk次圧延工程後に行なわれ、

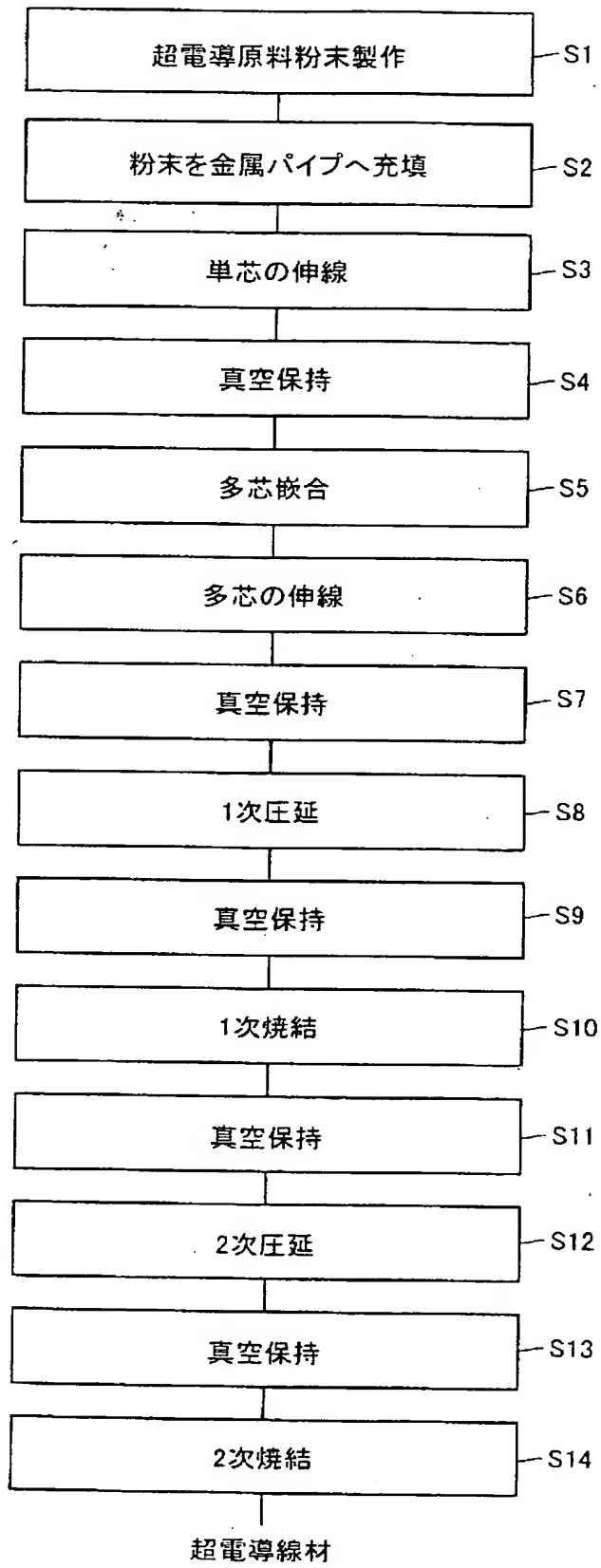
前記伸線工程(S3)と前記1次圧延工程(S8)との間、前記1次圧延工程(S8)と前記1次焼結工程(S10)との間、前記(k-1)次焼結工程と前記k次圧延工程との間、および前記k次圧延工程と前記k次焼結工程との間のうち少なくともいずれか1つの間において、前記線材(1a)を減圧雰囲気下で保持する保持工程(S4, S7, S9, S11, S13)をさらに備える、超電導線材(1)の製造方法。

- [7] 前記1次圧延工程(S8)と前記1次焼結工程(S10)との間において前記保持工程(S9)が行なわれる、請求の範囲第6項に記載の超電導線材(1)の製造方法。
- [8] 前記減圧雰囲気の圧力は0.01MPa以下である、請求の範囲第6項に記載の超電導線材(1)の製造方法。
- [9] 前記保持工程(S4, S7, S9, S11, S13)は72時間以上行なわれる、請求の範囲第6項に記載の超電導線材(1)の製造方法。
- [10] 前記保持工程(S4, S7, S9, S11, S13)において、前記線材(1a)は80℃以上の温度に保持される、請求の範囲第6項に記載の超電導線材(1)の製造方法。
- [11] 前記保持工程(S4, S7, S9, S11, S13)は窒素ガス雰囲気、アルゴンガス雰囲気、あるいは乾燥空気雰囲気のうちいずれかの雰囲気で行なわれる、請求の範囲第6項に記載の超電導線材(1)の製造方法。

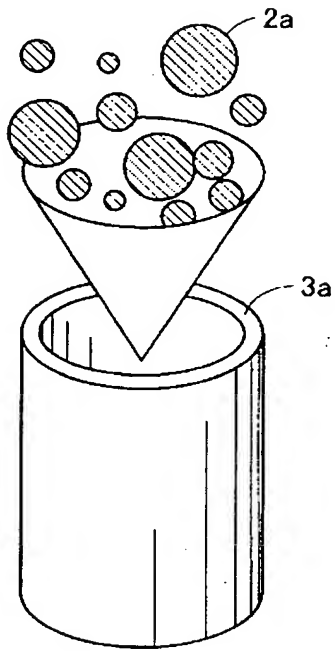
[図1]



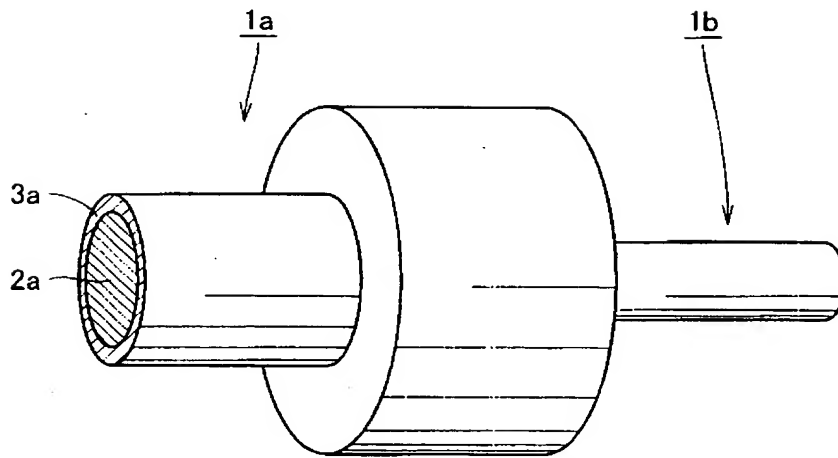
[図2]



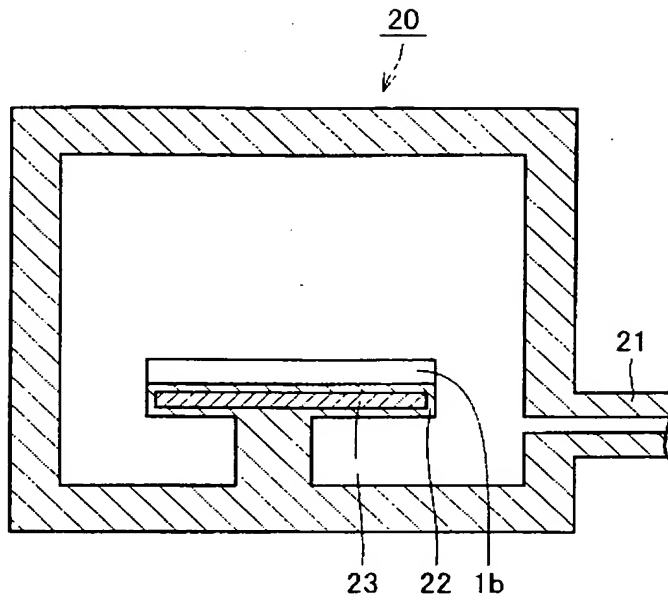
[図3]



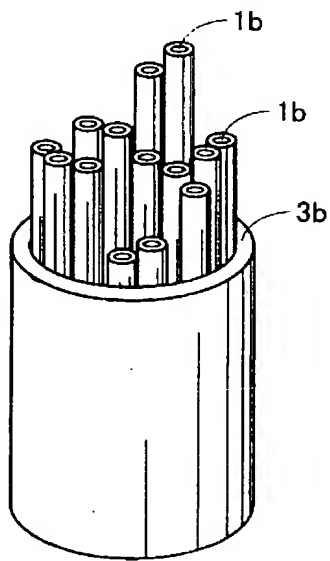
[図4]



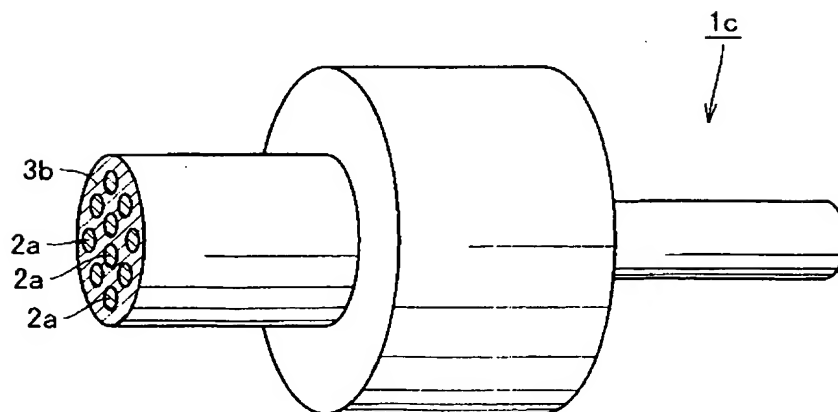
[図5]



[図6]



[図7]



[図8]

